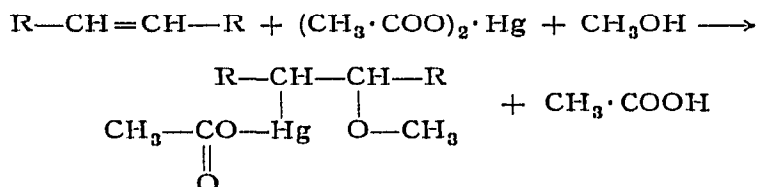


Über die Papierchromatographie einiger Styrolerivate

Im Rahmen unserer Untersuchungen zur Analytik des dehydrierten Diäthylbenzols^{1,2} testeten wir auch die von HUBER³ 1960 veröffentlichte papierchromatographische Methode zur Trennung, Identifizierung und quantitativen Bestimmung von Olefinen. Dieser Autor überführte dabei verschiedene Vinylverbindungen durch Umsetzen mit Quecksilberacetat in Methanol in Quecksilberadditionsverbindungen, die sich wegen ihrer spezifischen Eigenschaften für derartige Untersuchungen vorzüglich eignen.



HUBER bestimmte auf diese Art eine Reihe von R_F -Werten von Olefinen und Diolefinen, wobei auch der Wert für Styrol in einer der Tabellen angegeben³ wird.

Dies gab Veranlassung zu untersuchen, wie sich nach dieser Methode die Alkyl-derivative des Styrols, *p*-Methylstyrols und *p*-Äthylstyrols sowie des *p*-Divinylbenzols verhalten. Diese Verbindungen sind u. a. Inhaltsstoffe des dehydrierten Diäthylbenzols.

Die Vinylverbindungen wurden nach der von MARTIN⁴ angegebenen Weise in ihre Quecksilberaddukte überführt. Die Entwicklung* erfolgte absteigend und aufsteigend zweiphasig mit einer Kombination von *n*-Butanol einerseits und 1.5 N NH_3 - und 1.5 N $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ -Lösung andererseits. Zum Kennzeichnen der Flecken wurden die Papierstreifen zuerst an der Luft getrocknet; anschliessend folgte die Zersetzung der Quecksilberaddukte durch Einwirken von HCl-Dämpfen. Das freigesetzte Quecksilber lässt sich durch Besprühen mit Dithizon nachweisen.

TABELLE I

 R_F -WERTE FÜR STYROLDERIVATE

	Absteigende Methode	Aufsteigende Methode
Styrol	0.56 ± 0.01	0.56 ± 0.01
<i>p</i> -Methylstyrol	0.62 ± 0.02	0.63 ± 0.01
<i>p</i> -Äthylstyrol	0.65 ± 0.02	0.66 ± 0.02
<i>p</i> -Divinylbenzol	0.07 ± 0.01	0.06 ± 0.01
Styrol-Wert nach HUBER ³	0.56 ± 0.03	— —

In der Tabelle sind die für Styrol, *p*-Methylstyrol, *p*-Äthylstyrol und *p*-Divinylbenzol ermittelten R_F -Werte nach der absteigenden und aufsteigenden Methode angeführt. Die Werte stellen den Durchschnitt von 9 Messungen dar.

* Papier WF 1, VEB Feinpapierwerk Niederschlag.

Es zeigte sich, dass mittels der aufsteigenden papierchromatographischen Trennung besser reproduzierbare Ergebnisse zu erzielen sind.

*Institut für Technische Chemie
der Universität Halle (Deutschland)*

GERHARD SCHWACHULA
FRIEDRICH WOLF

- 1 F. WOLF, A. LOSSE UND G. SCHWACHULA, *Abhandl. Deut. Akad. Wiss. Berlin. Kl. Chem., Geol. Biol.*, No. 1 (1962) 513 (Symposiumsberichte über das 3. Symposium über Gaschromatographie, Buna, im Mai 1961).
- 2 G. SCHWACHULA, *Dissertation*, Halle, 1964.
- 3 W. HUBER, *Mikrochim. Acta*, (1960) 44.
- 4 R. W. MARTIN, *Anal. Chem.*, 21 (1948) 921.

Eingegangen den 1. März 1966

J. Chromatog., 24 (1966) 297-298

A new method of detection of inorganic phosphate on paper

BELEN'SKII AND RISKIN¹ described the formation of a stable alkaline violet lake resulting from mixing of methyl violet and phosphotungstomolybdic acid. AKAMATSU AND IMAI² have described a method for the colorimetric determination of inorganic phosphate based on the reaction of phosphate with methylene violet and ammonium molybdate in diluted hydrochloric acid. A simple and sensitive method of detection of inorganic phosphate on paper based on similar principles and suitable for chromatography is now described.

Reagents

1. Methyl violet, Geigy, 1.0 g, is dissolved in methanol and made up to 100 ml; before use this solution is diluted with diethyl ether 1:3.
2. Ammonium molybdate, 12 g, is dissolved in 150 ml of water by heating, and 35 ml 10 N HCl is added to this solution.

Procedure

The chromatogram is rinsed in solution 1 and after about 30 sec sprayed with solution 2 until the background becomes yellow-green. (The former step can be substituted by intensive spraying.) Inorganic phosphate gives blue spots.

When detecting phosphate esters or polyphosphates (which do not give the reaction mentioned) the dry chromatogram must be previously subjected to acid hydrolysis by commonly known methods. This process can also be realised by spraying with solution 2 followed by 30 min heating at 60-70°. Those conditions were sufficient for ATP, ADP, AMP and pyrophosphate, but the hydrolysis of α - and β -naphthyl phosphate was incomplete.

J. Chromatog., 24 (1966) 298-299